

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-267820
(43)Date of publication of application : 25.09.2003

(51)Int.Cl. A61K 7/00
A61K 7/02
A61K 7/031
A61K 7/032

(21)Application number : 2002-070880 (71)Applicant : FUJI XEROX CO LTD

(22)Date of filing : 14.03.2002 (72)Inventor : SASAKI YUKI
MATSUMURA
YASUO

(54) SLID POWDER COSMETIC

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a solid powder cosmetic that has excellent feeling in use and moldability.

SOLUTION: The solid powder cosmetic comprises 10–80 wt.% of an extender, 0.1–40 wt.% of a color pigment, and 0.5–80 wt.% of spherical resin particles that has an volume-average particle size of 2.0–20.0 μm , a glass transition point of 10–100° C and a number-average molecular weight of 5,000–20,000. In addition, the volume-average particle distribution of the spherical resin particles (GSDv) is ≤ 1.3 and the shape factor (SF1) of the spherical resin particles is 100–140.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) **公開特許公報 (A)**

(11)特許出願公開番号

特開2003-267820

(P2003-267820A)

(43)公開日 平成15年9月25日 (2003.9.25)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F 1	テ-マコ-ト [*] (参考)
A 6 1 K	7/00	A 6 1 K	J 4 C 0 8 3
	7/02		L
	7/03	7/02	L
	7/031	7/031	Z

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 16 頁) 最終頁に統く

(21)出願番号	特願2002-70880(P2002-70880)	(71)出願人	000005496 富士ゼロックス株式会社 東京都港区赤坂二丁目17番22号
(22)出願日	平成14年3月14日 (2002.3.14)	(72)発明者	佐々木 有希 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
		(72)発明者	松村 保雄 神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内
		(74)代理人	100075258 弁理士 吉田 研二 (外2名)
			最終頁に統く

(54)【発明の名称】 固形粉末化粧料

(57)【要約】

【課題】 使用感および成型性に優れた固体粉末化粧料を提供する。

【解決手段】 体质顔料を10~80重量%と、着色顔料を0.1~40重量%と、平均体積粒子径が2.0~20.0 μ mで、ガラス転移温度が10~100°C、数平均分子量が5000~20000であることを特徴とした球状樹脂粒子を0.5~80重量%と、を含有する固体粉末化粧料であって、更に、球状樹脂粒子の平均体積粒子分布GSDvが1.3以下で、且つ前記球状樹脂量子の形状係数SFrが100~140である固体粉末化粧料である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 体质顔料を10～80重量%と、着色顔料を0.1～40重量%と、平均体積粒子径が2.0～20.0μmで、ガラス転移温度が10～100℃、数平均分子量が5000～20000であることを特徴とした球状樹脂粒子を0.5～80重量%と、を含有することを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項2】 請求項1に記載の固体粉末化粧料において、前記球状樹脂粒子の平均体積粒子分布GSDvが1.3以下で、且つ前記球状樹脂粒子の形状係数SFIが10.0～14.0であることを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項3】 請求項1又は請求項2に記載する固体粉末化粧料において、更に、油性成分を1～20重量%含むことを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項4】 請求項1、2又は3のいずれか1項に記載の固体粉末化粧料において、下記式で表される表面性指標値が2.0以下であることを特徴とした固体粉末化粧料。

【数1】 (表面性指標値) = (比表面積実測値) / (比表面積計算値)

$$(比表面積計算値) = 6 \sum (n \times R^2) / \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$$

(ただし、n = コールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数、R = コールターカウンターにおけるチャンネル粒径、ρ = トナー密度、チャンネルの数：16、分割の大きさ：10gスケールで0.1間隔。)

【請求項5】 請求項1～4のいずれか1項に記載の固体粉末化粧料において、前記球状樹脂粒子が乳化重合凝集法にて製造されていることを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項6】 請求項5に記載の固体粉末化粧料において、前記球状樹脂粒子は、微少エッチング表面を有することを特徴とする固体粉末化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ファンデーション、フェイスパウダー、アイブロウ、アイシャドウ、アイライナー、頬紅、おしろい等のメイクアップ化粧料、粉末状の洗浄料、洗顔料等の固体粉末化粧料に関し、球状で平滑な表面を有し、かつ均一な粒径を有する樹脂粒子を配合することにより滑らかで均一な伸びと、さらさらした肌触りを実現した化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来より、固体粉末化粧料は主にメイクアップ化粧料として使用されており、にきびやしわ、毛穴などの顔の凹凸を補正したり、輪郭の陰影をつけたりするために広く用いられている。しかし、これらの隠ぺ

い力や、着色力等の効果を高めるために多量の化粧料を塗布すると、皮膚上の塗布層が厚くなることによって不自然な印象を与えたり、色むらができたりしやすい。これらは、特に塗布時の伸展性が悪いときに顕著に表れる。また、近年の傾向としては、化粧料に対して自然な仕上がりを望む要求が多くなってきてている。この自然な仕上がりは、皮膚上に薄い均一な化粧料塗布層を形成することによって実現できる。

【0003】 更に、通常金皿等へ成型して使用される粉体状の化粧品には、その化粧料としての特性とともに、成型性も要求される。つまり、少量で滑らかな伸びを有し、均一に塗布することによって実現されるメイクアップ化粧料としての特性に加え、成型時に化粧料の剥離や割れが起こらないこと、また使用時にはスポンジやマット等の小道具へのとれが良いことが必要とされる。

【0004】 しかしながら、従来の粉体状の化粧料に用いられる微粒子だけでは、化粧料の剥離や割れが生じやすく、そのため要求される成型性を満たすためには、どうしても添加剤を添加せざるを得なかった。

【0005】 一般的に、従来の粉体状化粧料は、圧縮成型により金皿に充填されるが、その成形性を高めるためには、油剤や粘着性成分などの添加剤を多量に含有させる方法、特殊な油剤成分を配合する方法（特開2000-119134公報）、特定のバインダー樹脂を配合する方法（特開平8-165221号公報）、粉体を熱等で凝集させる方法（特開平11-228336号公報）等があった。しかし、油剤成分を多量に配合した化粧料は、使用時にスポンジにとりにくい、使用時の滑らかさが失われるなどの問題点があった。また、成型後に樹脂を熱凝集させた場合も、塗布時に凝集粒子に起因する違和感があった。

【0006】 一方、これまでの研究により、粉末メイクアップ化粧料の塗布時に必要とされる、塗布時の滑らかな伸びと適度な密着感は、化粧料に配合される原料の形状、粒径分布、表面状態、硬度等の物理化学的特性に依存することがわかっている。

【0007】 最近の研究では、ある一定の一次粒径と低スパン（粒度分布の積算値が90%、10%、50%に相当する粒径D90、D10、D50から次式で計算して求められる値；スパン = (D90 - D10) / D50）（特開平8-277208号公報）を特徴とする粒子、および、粒径分布（CV値）がある一定範囲内である粒子（特開2001-151639号公報）によって塗布性、均一性の向上を図っている。また、球状粉末を一定量含み、かつ分光反射率をある条件に保つことにより透明感に富むファンデーションも研究されている（特開平11-209243号公報）。

【0008】 更に、最近では粉末状の洗浄料、特に洗顔料も多く製品化されているが、これらの洗浄料には、皮膚に違和感を与えない伸展性と、適度なマッサージ効果

の両立が求められている。また、これらの洗浄料には感触改良剤、または基材の一部として、球状の合成高分子が使用されることがある。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】従来の化粧料には、乳化重合凝集法、懸濁重合法、沈殿重合法によって製造された球状ポリスチレン、ナイロン、ポリアクリル、ポリエチレン、シリコーン、ウレタン等を含有するものが見られたが、これらの球状粒子の粒径分布は広く、粒子の表面状態も制御されていなかったため、化粧料の塗布時の伸展性や均一な化粧層の形成の点でより優れた化粧料の開発が望まれていた。

【0010】また、上述した油剤成分等の添加量を少量に抑えつつ、化粧料の剥離や割れが生じにくい成型性の高い粉体状の化粧料の開発を切望されていた。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、以上の状況を鑑み、鋭意検討の結果、特定粒子径と非常に狭い粒径分布を有し、更にガラス転移温度、分子量が汎用樹脂よりも低い樹脂を配合した化粧料が、成型性と塗布時の滑らかさ、均一な塗布層の生成を実現することを見出した。

【0012】すなわち、本発明者らは、下記の構成を採用することにより、既述課題の解決を可能にした。

【0013】(1) 体質顔料を10～80重量%と、着色顔料を0.1～40重量%と、平均体積粒子径が2.0μm～20.0μmで、ガラス転移温度が10～100℃、数平均分子量が5000～20000であることを特徴とした球状樹脂粒子を0.5～80重量%と、を含有する固形粉末化粧料である。

【0014】(2) 前記球状樹脂粒子の平均体積粒子分布GSDvが1.3以下、且つ前記球状樹脂粒子の形状係数SF1が100～140である上記(1)に記載の固形粉末化粧料である。

【0015】(3) 更に、油性成分を1～20重量%含む上記(1)又は(2)に記載する固形粉末化粧料である。

【0016】(4) 上記(1)、(2)又は(3)のいずれか1に記載の固形粉末化粧料において、下記式で表される表面性指標値が2.0以下である固形粉末化粧料である。

【0017】

【数2】(表面性指標値) = (比表面積実測値) / (比表面積計算値)

$$(比表面積計算値) = 6 \sum (n \times R^2) / \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$$

(ただし、n = コールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数、R = コールターカウンターにおけるチャンネル粒径、ρ = トナー密度、チャンネルの数：16、分割の大きさ10gスケールで0.1間隔。)

【0018】(5) 上記(1)～(4)のいずれか1に記載の前記球状樹脂粒子がアクリル系共重合体である固形粉末化粧料である。

【0019】(6) 上記(1)～(5)のいずれか1項に記載の固形粉末化粧料において、前記球状樹脂粒子が乳化重合凝集法にて製造されている固形粉末化粧料である。

【0020】(7) 上記(6)に記載の固形粉末化粧料において、前記球状樹脂粒子は、微少エッチング表面を有することを特徴とする固形粉末化粧料である。

【0021】

【発明の実施の形態】発明者らは、使用性と塗布後の感触および成型時の剥離や割れの生じにくい優れた化粧料に鑑み、鋭意検討した結果、一定範囲内の粒子径と粒子分布、かつ形状係数を有し、更にガラス転移温度、分子量が汎用の樹脂よりも低い樹脂からなる球状樹脂粒子を配合した際に、優れた使用性および成型性を実現できることを見出した。

【0022】本発明における固形粉末化粧料には、ファンデーション、フェースパウダー(フェイスシャドウなどを含む)、コンシーラー、おしろい、頬紅、アイシャドウ、アイライナー、アイブロー、ボディパウダー、ベビーパウダー、洗浄料、洗顔料等、粉末の形状を有する化粧料をすべて含む。

【0023】本発明の化粧料は、次のような組成である。

【0024】体質顔料を10～80重量%と、着色顔料を0.1～40重量%と、平均体積粒子径が2.0μm～20.0μmで、ガラス転移温度が10℃～100℃、数平均分子量(Mn)が5000～20000であることを特徴とする球状樹脂粒子を0.5～60重量%と、を含有することを特徴とする固形粉末化粧料である。

【0025】<体質顔料>体質顔料は、化粧料用として使用されるものであれば特に限定はなく、タルク、カオリン、マイカ、雲母、セリサイト、炭酸マグネシウム、炭酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸バリウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム、マグネシウム、シリカ、ゼオライト、硫酸バリウム、リン酸カルシウム等の無機粉末、シリコーン樹脂粉末、セルロース粉末等の有機粉末を例示できる。

【0026】体質顔料が10重量%より少ない場合には、色調のコントロールが不十分になったり、十分な光沢が得られなかったりするという不都合があり、一方、体質顔料が80重量%を超える場合は、皮膚への付着力が低下したり、自然な色調が得られないという不都合がある。なお、用途により体質顔料は適宜選択される。

【0027】<着色顔料>着色顔料は、化粧料用であれば特に制限はない。例えば、白色顔料としては、酸化チタン、酸化亜鉛などを挙げることができ、その他の着色

顔料としては、酸化亜鉛、酸化鉄、チタン酸鉄、黄酸化鉄、ゲンジョウ、コンジョウ、酸化クロム、カーボンブラック、低次酸化チタン、アルミニウムパウダー、カッパーパウダー、雲母チタン、オキシ塩化ビスマス、魚鱗箔等のパール顔料、赤色3号、赤色104号、赤色106号、赤色201号、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色220号、赤色226号、赤色227号、赤色228号、赤色230号、赤色405号、赤色505号、橙色204号、橙色205号、黄色4号、黄色5号、黄色202号、黄色203号、黄色205号、黄色401号、青色404号等の有機顔料、クロロフィル、 β カロチン等を挙げることができる。これらの着色顔料を一種または二種以上を選択して用いることができ、その粒径や粒子形状に制限はない。更に上記粉末をシリコーン処理、金属石鹼処理、脂肪酸処理、界面活性剤処理、あるいは酸、アルカリ、無機塩類による処理、更にはこれらの複合処理を行った後、配合してもよい。

【0028】着色顔料が0.1重量%より少ない場合は、肌への着色力が低下し、化粧料として肌を美しく見せる機能を発揮できず、40重量%を超える場合は、隠ぺい力が大きくなりすぎ不自然な印象を与えるだけでなく、塗布時の滑らかさが失われたり、化粧料としての安定性が損なわれることがある。より好適な顔料の配合量は、ファンデーション、フェイスパウダー等顔の前面に塗布する化粧料の場合、着色顔料の含有量が好適には1～25重量%、顔のある部分に意図的に陰影や色味を加えるアイシャドウ等の化粧料の場合には、着色顔料が10～40重量%であることが好ましい。

【0029】<球状樹脂粒子>

粒子径：本化粧料に含まれる球状樹脂粒子は、平均体積粒子径が $2.0\text{ }\mu\text{m} \sim 20.0\text{ }\mu\text{m}$ であり、より好ましくは、 $5.0\text{ }\mu\text{m} \sim 20.0\text{ }\mu\text{m}$ である。更にメイクアップ化粧料としては、 $5.0 \sim 15.0\text{ }\mu\text{m}$ が好ましい。この範囲を超えると、化粧料として肌に塗布する際に、異物感が発生し使用性が劣ったり、肌へ過度な刺激が与えられることがある。更にその他の本粒子特性の制御が困難となる。また $2.0\text{ }\mu\text{m}$ 未満である場合、しわの間に入り込むなど隠ぺい力が低下したり、洗浄剤においては洗浄作用が低下する傾向がある。

【0030】ガラス転移温度：本発明の球状樹脂粒子のガラス転移温度は、 $10 \sim 100^\circ\text{C}$ であり、好ましくは $10 \sim 90^\circ\text{C}$ 、より好ましくは $40 \sim 80^\circ\text{C}$ である。ガラス転移温度が、 10°C 未満の場合には、化粧料が柔らかくなりすぎてしまう。一方、ガラス転移温度が 100°C を超えると化粧料の皮膚への密着感が減少し、更に使用時に突っ張り感を生じる。

【0031】数平均分子量(M_n)：本発明の樹脂粒子は数平均分子量は $5000 \sim 20000$ であり、好ましくは $5000 \sim 15000$ である。樹脂数平均分子量が 5000 未満の場合には、化粧料が柔らかくなりすぎて

しまい、一方、数平均分子量が 20000 を超えると化粧料の皮膚への密着感が減少し、更に使用時に突っ張り感を生じる。すなわち、上記ガラス転移温度および数平均分子量が上述の範囲を超えると、樹脂が柔らかすぎたり、硬すぎたりして、使用性、保存性等に支障をきたす。

【0032】体積粒子分布および形状係数SF1：また、本発明の球状樹脂微粒子の体積粒子分布 GSD_v は 1.3 以下で、かつ形状係数SF1が $100 \sim 140$ である。化粧料や皮膚洗浄料で求められる滑らかさは、粒子の流動性に大きく依存する。形状係数SF1は、 100 に近づくほど真球とみなされ、 140 を超える粒子は粒子の最大長さと最少長さに大きな差を有する。SF1が 140 を超えると、化粧料の使用感および成型性が劣る。そこで、本発明の樹脂粒子において、SF1が $130 \sim 140$ の範囲にある場合には、樹脂微粒子が偏平状であるため、使用時に皮膚上で粒子感を得ることができ、洗顔料のような化粧料として好ましい。一方、SF1が $110 \sim 130$ の範囲の場合には、粒子形状が真球に近づき、皮膚表面での流動性が向上し、メイクアップ化粧料等に配合した場合の塗布時の伸び、皮膚上での均一な塗布が可能となる。

【0033】化粧料に配合される球状樹脂粒子の粒子径が上述のように均一であり、真球に近い粒子が配合されている場合には、塗布時の伸びと塗布後のサラサラ感が実現できる。また、上述のような非常にシャープな粒径分布と、化粧品に適する粒径を有することにより、球状樹脂粒子が柔らかい物性を有しながらも、塗布時には成型した化粧料からほぐれやすくなり、また必要とされる滑らかな伸びと均一性を実現することができる。更に、粒径のばらつきが非常に少ないと、球状樹脂粒子における形状のばらつき、表面積のばらつきを少なくすることができ、他に配合される体质顔料、着色顔料等と混合して化粧料を製造した際に、偏りがなく、均一に混合することができる。これにより、均質な着色性、機能性を有することができる。

【0034】樹脂粒子の体積粒子分布 GSD_v が 1.3 を超える場合には、粒子径が不均一となり、使用時の滑らかさや伸び、清涼感の効果が十分でなくなる。粒子分布の指標としては、以下の体積粒子分布 GSD_D 、または体積累積分布の数 D_{16} 、数 D_{84} を用いた数粒子分布 GSD_p を簡易的に用いることができる。

【0035】

【数3】体積粒子分布 $GSD_v = (\text{体積}D_{84} / \text{体積}D_{16})^{0.5}$

数粒子分布 $GSD_p = (\text{数}D_{84} / \text{数}D_{16})^{0.5}$

【0036】更に、形状係数SF1は以下のように定義される。

【0037】

【数4】 $SF1 = (ML^2 / A) \times (\pi / 4) \times 100$

【0038】ここで、 M_L ：粒子の絶対最大長、 A ：粒子の投影面積であり、これらは、主に顕微鏡画像または走査電子顕微鏡画像を画像解析装置によって解析することによって数値化される。

【0039】表面性指標値：本発明の球状樹脂粒子は、下記式で表される表面性指標値が2.0以下である。

【0040】

【数5】(表面性指標値) = (比表面積実測値) / (比表面積計算値)

$$(比表面積計算値) = 6 \sum (n \times R^2) / \{ \rho \times \sum (n \times R^3) \}$$

(ただし、 n = コールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数、 R = コールターカウンターにおけるチャンネル粒径、 ρ = トナー密度、チャンネルの数：16、分割の大きさ：logスケールで0.1間隔。)

【0041】すなわち、分割数は、1.26 μm から50.8 μm までを16チャンネルに、logスケールで0.1間隔となるように分割する。具体的には、チャンネル1が1.26 μm 以上1.59 μm 未満、チャンネル2が1.59 μm 以上2.00 μm 未満、チャンネル3が2.00 μm 以上2.52 μm 未満とし、左側の数値のlogの値が(log 1.26 =) 0.1、(log 1.59) = 0.2、0.3 … 1.6となるように分割した。

【0042】表面性指標値は、1.0に近づくほど樹脂表面が完全に平滑となる。表面性指標値が2.0を超えると、樹脂一つ一つの表面が粗くなり、化粧料に含有して使用した場合使用性を低下させる。

【0043】樹脂：本発明の樹脂微粒子に使用する樹脂は特に制限されない。具体的には、スチレン、パラクロロスチレン、 α -メチルスチレン等のスチレン類；アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸2-エチルヘキシル等のアクリル系单量体；メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のメタクリル系单量体；更にアクリル酸、メタクリル酸、スチレンスルフォン酸ナトリウム等のエチレン性不飽和酸单量体；更にアクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルニトリル類；ビニルメチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル等のビニルエーテル類；ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類；エチレン、プロピレン、ブタジエンなどのオレフィン類などの单量体などの単独重合体、それらの单量体を2種以上組み合せた共重合体、又はそれらの混合物、更には、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエーテル樹脂等、非ビニル縮合系樹脂、又は、それらと前記ビニル系樹脂との混合物、これらの共存下でビニル系单量体を重合して得られるグラフト重合

体等を挙げることができる。これらのうち、皮膚外用組成物用としての特性を付与するために配合される樹脂としては、アクリル系共重合体が好ましく用いられる。更に好ましくは、スチレンーアクリレート共重合体が用いられる。

【0044】本発明の球状樹脂粒子は、微量の架橋構造を有してもよい。その場合、架橋剤の含有率は、樹脂に対して0.01~5%で、好ましくは0.1~2%である。上記のようにガラス転移温度、分子量に起因する柔らかい物理特性を有しながらも、微量の架橋構造を施しているためその形状は安定し、より凝集を防ぐ効果を有する。架橋剤がこの範囲未満であると樹脂の形状が不安定になりやすく、この範囲を超えると、柔らかな物性が低下しやすい。

【0045】上記架橋剤としては、上記樹脂の関係で好適な物を適宜選択すればよいが、中でも、架橋反応が迅速である点から、ホウ素化合物が好ましく、例えば、硼砂、ホウ酸、ホウ酸塩（例えば、オルトホウ酸塩、 $\text{In}(\text{BO}_3)_3$ 、 $\text{Sc}(\text{BO}_3)_3$ 、 $\text{Y}(\text{BO}_3)_3$ 、 $\text{La}(\text{BO}_3)_3$ 、 $\text{Mg}_3(\text{BO}_3)_2$ 、 $\text{Co}_3(\text{BO}_3)_2$ 、二ホウ酸塩（例えば、 $\text{Mg}_2\text{B}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Co}_2\text{B}_2\text{O}_5$ ）、メタホウ酸塩（例えば、 $\text{Li}_2\text{B}_2\text{O}_5$ 、 $\text{Ca}(\text{BO}_3)_2$ 、 $\text{Na}_2\text{B}_2\text{O}_5$ 、 $\text{K}_2\text{B}_2\text{O}_5$ ）、四ホウ酸塩（例えば、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）、五ホウ酸塩（例えば、 $\text{K}_2\text{B}_5\text{O}_8 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Ca}_2\text{B}_6\text{O}_11 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Cs}_2\text{B}_5\text{O}_8$ ）；ホルムアルデヒド、グリオキザール、メラミン・ホルムアルデヒド（例えば、メチロールメラミン、アルキル化メチロールメラミン）、グルタルアルデヒド等のアルデヒド系化合物；ジアセチル、シクロペンタジオニ等のケトン系化合物；ビス（2-クロロエチル尿素）-2-ヒドロキシ-4,6-ジクロロ-1,3,5-トリアジン、2,4-ジクロロ-6-S-トリアジン・ナトリウム塩等の活性ハロゲン化合物；ジビニルスルホン酸、1,3-ビニルスルホニル-2-プロパノール、 N,N' -エチレンビス（ビニルスルホニルアセタミド）、1,3,5-トリアクリロイル-ヘキサヒドロ-S-トリアジン等の活性ビニル化合物；ジメチロール尿素、メチロールジメチルヒダントイン等のN-メチロール化合物；レゾール樹脂；ポリイソシアネート、1,6-ヘキサメチレンジイソシアネート等のイソシアネート系化合物；米国特許明細書第3017280号、同第2983611号に記載のアジリジン系化合物；米国特許明細書第3100704号に記載のカルボキシイミド系化合物；エポキシ樹脂、グリセロールトリグリシジルエーテル等のエポキシ系化合物；1,6-ヘキサメチレン-N,N'-ビスエチレン尿素等のエチレンイミノ系化合物；ムコクロロ酸、ムコフェノキシクロル酸等のハロゲン化カルボキシアルデヒド系化合物；2,3-ジヒドロキシジオキサン等のジオキサン系化合物；クロム明ばん、カリ明ばん、硫酸ジルコニウム、酢酸クロム等である。なお、上記架橋剤は、一種単独で

30

40

50

も、2種以上を組合わせてもよい。

【0046】上記架橋剤の溶液は、架橋剤を水及び／又は有機溶媒に溶解して調製される。架橋剤溶液を構成する溶媒としては、一般に水が使用され、該水と混和性の有機溶媒を含む水系混合溶媒であってもよい。上記有機溶媒としては、架橋剤が溶解するものであれば任意に使用することができ、例えば、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、グリセリン等のアルコール；アセトン、メチルエチルケトン等のケトン；酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル；トルエン等の芳香族溶剤；テトラヒドロフラン等のエーテル、及びジクロロメタン等のハログン化炭素系溶剤等を挙げることができる。

【0047】樹脂粒子の製法：本発明の球状樹脂粒子を得る方法としては、乳化重合凝集法、懸濁重合法、分散重合法などが挙げられる。このうち、乳化重合凝集法が好ましく使用される。また、上述の架橋剤を添加する場合には、上記樹脂の重合時に添加することが好ましい。

【0048】乳化重合凝集法においては、イオン性界面活性剤による樹脂分散液と反対極性のイオン性界面活性剤を混合し、ヘテロ凝集を生じせしめることにより目的とする樹脂粒子径の凝集粒子を形成し、その後樹脂のガラス転移温度以上に加熱することにより凝集体を融合合¹し、洗浄、乾燥する。この製法は加熱温度条件を選択することで粒子形状を不定形から球状まで制御できる。

【0049】通常、乳化重合凝集法における凝集合¹プロセスは一括で混合し、凝集することによりなされるため、均一な混合状態にある凝集体を合一させることができ、通常、凝集体の組成は表面から内部まで均一になる。

【0050】更に、本発明の球状樹脂粒子は、上述の乳化重合凝集法の凝集体を融合合一化させる粒子化工程の後に、洗浄としてアルカリ洗浄を施されることが望ましい。アルカリ洗浄工程を経ることにより、上述の樹脂表面の物性指標は同一のまま（すなわち、上述の指標では全く数値範囲に影響ない）の状態であるものの、高分解能走査電子顕微鏡では観察される極浅い凹凸を有する微少エッティング表面が形成される。この結果、他の微細な化粧料構成成分との摩擦力が向上し、また他の構成成分が樹脂表面に付着しやすくなることで混合後の凝集の発生を抑制し、分散性を維持することができる。一方、上記凹凸は非常に浅いため付着力は小さく維持されているため、化粧料の塗布時には容易に分離するので、構成成分の機能及び樹脂の有する伸展性を損なうことはない。アルカリ洗浄に使用する洗浄剤としては、例えば、アルカリ性を有する水系溶液であれば特に限定はない。例えば、水酸化ナトリウム水溶液、水酸化カリウム水溶液、アンモニア水溶液、炭酸ナトリウム等をあげることができ、特に水酸化ナトリウムが好ましい。

【0051】化粧料の感触、特性低下には、粗粉比率の

問題が大きく関わっている。本発明の製法の場合、通常の方法に比較して良好な粒子分布GSDを示す粒子を得やすい傾向にあるものの、一般に20μmを超える体積粒子比率はGSDで管理することは困難である。本発明の球状樹脂粒子において、仮に体積粒子径が20μmを超える粒子の比率が3%以上である場合、皮膚上で円滑な伸びを示さず、塗布時の均一性も失われる。

【0052】樹脂粒子の他の特性：皮膚へ塗布する際の滑らかさは、粒子の流動性が高い場合に得られる。圧縮比は、ホソカワミクロン社製「パウダーテスター」（登録商標）を用いて、ゆるみ見掛比重と固め見掛比重とを測定し、ゆるみ見掛比重と固め見掛比重との比を圧縮比とした。圧縮比が0.6以下の場合、粒子は常態で流動性が優れていることを示す。この範囲を超えると、滑らかに皮膚上へ塗布することが困難になる。

【0053】酸価は、樹脂の耐皮脂性に影響を与えると同時に、樹脂粒子と他の物質との付着、凝集に關しても影響を与える。酸価が1.0mg/KOH/g～20mg/KOH/gの範囲の樹脂が化粧料に配合された場合、通常の石鹼や洗顔料により化粧料を洗い流すことができ、好ましい。更に、上述の酸価範囲では、本樹脂粒子表面に他の微粒子を付着させた場合、化粧料や洗浄料として適切な付着力強度を有し、更に樹脂粒子同士の凝集も起こらない。

【0054】本発明の化粧料に使用される樹脂粒子は、他の微粒子を含有していてもよい。このように他の微粒子を含有した場合、微粒子をそのまま配合するよりも、再凝集を防ぐ効果が得られ、微粒子を含有させる樹脂粒子の有する特性に基づく使用性を保持したまま、微粒子に起因する機能を発現することが可能である。樹脂粒子に含有される微粒子の大きさは、その含有量と、含有する樹脂粒子の大きさに依存するが、3μm以下であることが好ましい。この範囲を超えると粒子表面への付着強度が低下する。特に好ましい含有粒子と被含有微粒子の組み合わせは、（含有する粒子径）／（含有される微粒子径）が2以上である場合である。

【0055】上述の微粒子を樹脂粒子へ含有させる方法は、樹脂表面に析出させる、樹脂内部に含有させる、または樹脂へ外添する、方法などを挙げることができる。

【0056】樹脂粒子の表面に析出させる方法としては、例えば、乳化重合凝集法における、凝集工程の第1段階で母体凝集粒子を樹脂粒子で作成した後、更に、凝集工程の第2段階で他の微粒子（例えば、機能性微粒子）分散液を使うことにより、合一後に他の微粒子によるカプセル化された構造を形成したり、または他の微粒子をイオンの状態で樹脂の極性基にイオン交換または配位した樹脂を還元して、金属超微粒子を樹脂へ析出させることもできる。

【0057】また、乳化重合凝集法の第1段階の母体凝集粒子の作成時に、他の微粒子を樹脂粒子とともに分散

させると、他の微粒子を内部に含有するカプセル構造を有する樹脂粒子を形成できる。外添の場合は、樹脂粒子の乾燥後、Vブレンダー、ヘンシェルミキサー等の混合機を用いて乾式で表面に付着する方法、他の微粒子を液体に分散させた後、スラリー状態の塗布剤組成物に添加し乾燥させ表面に付着する方法、乾燥粉体にスラリーをスプレーしながら乾燥させててもよい。

【0058】樹脂粒子に含有される他の微粒子は、特に限定されるものではなく、顔料、紫外線遮蔽剤、紫外線吸収剤、赤外線遮蔽剤、抗菌剤等一般に化粧料に配合されるものを意味する。

【0059】既述の物質以外に本発明の乳化化粧料に配合される成分は、化粧料の目的の用途により選択され、限定されるものではない。例えば、水、アルコール類、非イオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、カチオン系界面活性剤、両性界面活性剤、乳化剤、結合剤、分散剤、上記球状樹脂以外の粉末、顔料、色素、紫外線遮蔽剤、制汗剤、紫外線吸収剤、收敛剤、皮膜剤、保湿剤、洗浄成分、各種薬効成分、pH調整剤、増粘剤、抗酸化剤、殺菌剤、抗菌剤、防腐剤、美容成分、香料等が挙げられる。また、粉末は、シリコーン処理、金属石鹼処理、脂肪酸処理、界面活性剤処理、あるいは酸、アルカリ、無機塩類による処理、更にはこれらの複合処理を行った後、配合してもよい。

【0060】化粧料の製法は特に限定されない。一般的には、体質顔料、着色顔料、感触改良等の粉末原料をリボンブレンダー、パウダーミキサー、ヘンシェルミキサー、ボールミル等を用いて攪拌する。後に、油剤成分を溶融混合し、顔料混合物に加え均一に混合する。この混合物を取り出し、篩に通して粒度をそろえた後、金皿などの容器に充填する。粉末原料は、攪拌前に粉碎を実施してもよく、更に、油剤成分と粉末成分を混合した後にも粉碎工程を加えてもよい。

*

組成	樹脂分散液1 (g)	樹脂分散液2 (g)
ステレン	540	400
n-ブチルアクリレート	60	200
アクリル酸	12	18
ドデンカンチオール	12	24

【0065】この組成で、樹脂分散液の構成成分を混合溶解したものをアニオン性界面活性剤「ネオゲンR」(第一工業製薬製：ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム)13gをイオン交換水555gに溶解したものにフラスコ中で分散、乳化し10分ゆっくりと混合しながら、過硫酸アンモニウム9gを溶解したイオン交換水42.8gを投入し、窒素置換をおこなった。そののちフラスコを攪拌しながらオイルバスで内容物が70℃になら

* 【0061】<油性成分>更に、本発明の粉末化粧料には、結合剤としての油性成分を配合することができる。この結合剤を配合することで、塗布時の密着感が向上するとともに、化粧料の成型性、成型後の保存性をより強くできる。油性成分は、化粧料用であれば特に制限はなく、油脂、ロウ、炭化水素、合成エステル、脂肪酸、高級アルコールなどがある。具体例としては、椿油、オリーブ油、ホホバ油、ヒマシ油、ミンク油等の油脂類、ミツロウ、ラノリン、キャンデリラ等のロウ類、スクワラン、ワセリン、流動パラフィン、パラフィンワックス等の炭化水素類、ステアリン酸、オレイン酸等の脂肪酸、セタノール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール等の高級アルコール、セチルイソオクタネート、ミリスチン酸イソプロピルエステル、トリオクタン酸グリセリル等のエステル類、ラノリン誘導体、シリコーン類、フッ素系油剤類等を挙げることができ、これらのオイル類を一種または二種以上を組み合わせて使用することができる。これらの結合剤の化粧料への配合量は1～20重量%である。1重量%未満である場合は、塗布時の滑らかさが損なわれ、塗布後の肌への密着感が減少しやすく、20重量%を超えるとサラサラした風合いが減少するとともに、スポンジ等で化粧料を容器からとることが困難になりやすい。より好ましい配合量は、3～15重量%である。

【0062】

【実施例】次に実施例を比較例と共に挙げて、本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0063】実施例1. 以下の組成で、樹脂粒子を製造した。

【0064】樹脂分散液の調製

【表1】

※るまで加熱し、6時間そのまま乳化重合を継続し、樹脂微粒子分散液を得た。

【0066】凝集粒子の調製

作成した樹脂分散液を用いて、以下の組成で樹脂粒子を製造した。

【0067】

【表2】

ポリ塩化アルミニウム 10重量%水溶液（浅田化学製）：4.2 g
0.02M硝酸：38 g

【0068】製造例1～6, 8の作成：上記樹脂粒子の構成成分のうち、樹脂粒子分散液（追加用）以外をすべて、丸型ステンレス製フラスコ中に入れてホモジナイザー（LKA社製、ウルトラタラックスT50）で十分に混合・分散した後、加熱用オイルバスでフラスコを攪拌しながら60℃まで加熱した。60℃で下表に記す時間保持した後、樹脂分散液1を緩やかに200g追加し、更に加熱用オイルバスの温度を上げてその温度で以下の表に記す一定時間保持して凝集粒子を得た。

【0069】その後、粒子に1N水酸化ナトリウムを下*

*表の通り52g追加した後、ステンレス製フラスコを密閉し、磁力シールを用いて攪拌を継続しながら96℃まで加熱し、7時間保持して凝集粒子を融合させた。この融合粒子をpH6.5のイオン交換水で十分洗浄した後、凍結乾燥を行い樹脂粒子を得た。融合粒子の体積平均粒子径（ D_{50} ）をコールターカウンター（日科機社製、TALL）を用いて測定した。

【0070】

【表3】

	製造例 1	製造例 2	製造例 3	製造例 4	製造例 5	製造例 6	製造例 7	製造例 8
樹脂分散液	1	1	1	1	1	1	—	2
凝集時間（分）	30	30	30	30	30	5	—	5
球状化時間（分）	9	7	4	9	2.5	2.5	—	2.5
純粋洗浄	あり	あり	あり	なし	なし	なし	—	あり
平均体積粒子径 (μm)	6.6	6.7	6.8	6.5	6.5	6.5	8.2	6.7
ガラス転移温度 ($^{\circ}C$)	71	71	71	71	71	71	128	38
数平均分子量Mn	1.1 $\times 10^4$	3.3 $\times 10^3$	3.6 $\times 10^3$					
平均体積粒子分布 GSDv	1.22	1.24	1.24	1.20	1.23	1.33	1.47	1.35
形状係数SF1	117	126	130	112	142	141	125	143
表面性指標値	1.37	1.46	1.39	2.08	2.11	2.05	1.23	2.09
圧縮比	0.46	0.51	0.56	0.47	0.64	0.63	0.61	0.63
酸価 (mg/KOH/g)	5	5	5	5	5	5	1	9

【0071】なお、製造例7は、市販の球状ポリメチルメタクリレート樹脂を用いた。

【0072】このようにして得られた樹脂粒子に対し、以下の測定を実施した。平均体積粒子径（ D_{50} ）と体積粒子分布GSDv、体積粒子径が20 μm 以上である粒子の比率をレーザー回折式粒度分布測定装置（堀場製作所製、LA-700）、及び形状係数SF1をルーゼックス画像解析装置（ニコレ社製、LUZEXIII）を用

いて測定した。

【0073】表面性指標値は、次の式に従い算出した。

【0074】

【数6】（表面性指標値）=（比表面積実測値）/（比表面積計算値）

（比表面積計算値）=6 Σ （ $n \times R^2$ ）/（ $\rho \times \Sigma$ （ $n \times R^3$ ））

（ただし、n=コールターカウンターにおけるチャンネ

ル内の粒子数、 $R = \text{コールターカウンターにおけるチャンネル粒径} / \rho$ = トナー密度、チャンネルの数：16、分割の大きさ：10 g スケールで0.1間隔。)

【0075】数平均分子量は、分子量測定器（東ソー社製、HLC-8120）を用いて測定した。ガラス転移度は、示差走査熱量計（島津製作所製、DSC-50）を用いて、昇温速度10°C/分で測定した。

【0076】圧縮比はパウダーテスター（ホソカワミクロン社製）を用いてゆるみ見掛比重Xと固め見掛比重Yを測定し、測定したX、Yを下記式

【数7】（圧縮比） = （固め見掛比重 - ゆるみ見掛比重X）/（固め見掛比重Y）

に代入して算出した。

【0077】酸価はJIS K 0070に準じて測定した。すなわち、樹脂粉体を精秤し、300 (ml) ビーカーに試料を入れ、トルエン/エタノール(4/1)の混合液150 (ml) を加え溶解した。これに0.1規定のKOHメタノール溶液を用いて電位差滴定を行つ

た。また同時にブランクについても測定を実施し、以下の式により酸価を求めた。

【0078】

【数8】酸価 (mg KOH/g) = ((S - B) × f × 5.61) / W

式中、Wは精秤した樹脂粉体の重さ (g)、SはKOHの使用量、Bはブランクでの測定におけるKOHの使用量 (ml)、fはOHのファクターである。

【0079】固体粉末ファンデーションの製造：このようにして製造した製造例1～8の樹脂を用いて、固体粉末ファンデーションを以下の処方で製造した。まず、表4に示す(1)から(7)の成分をホソカワミクロン社製ナウタミキサで混合し、更に表4に示す(8)から(11)の成分を加熱溶解して得られた混合物を添加して、更に均一に混合する。これを篩に通し、金皿に充填して固体粉末ファンデーションを得た。

【0080】

【表4】

	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例	比較例	比較例
	1	2	3	4	5	6	1	2	3
(1)タルク	18	18	18	18	18	18	18	18	18
(2)マイカ	残量								
(3)酸価チタン	10	10	10	10	10	10	10	10	10
(4)ベンガラ	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
(5)黄酸化鉄	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
(6)黒酸化鉄	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
(7)製造例1	22	—	—	—	—	—	—	—	—
(7)製造例2	—	22	—	—	—	—	—	—	—
(7)製造例3	—	—	22	—	—	—	—	—	—
(7)製造例4	—	—	—	22	—	—	—	—	—
(7)製造例5	—	—	—	—	22	—	—	—	—
(7)製造例6	—	—	—	—	—	22	—	—	—
(7)製造例7	—	—	—	—	—	—	—	22	—
(7)製造例8	—	—	—	—	—	—	—	—	22
(8)スクワラン	5	5	5	5	5	5	5	5	5
(9)流動パラフィン	3	3	3	3	3	3	3	3	3
(10)ワセリン	2	2	2	2	2	2	2	2	2
(11)防腐剤	適量								
塗布時伸び	4.9	4.4	4.2	3.8	3.3	3.1	2.4	3.4	2.7
化粧層のムラ	4.7	4.6	4.1	3.6	3.2	2.9	2.2	2.9	2.6
化粧持続性	4.8	4.8	4.2	4.0	3.8	3.2	2.6	2.9	3.1
成型性	◎	◎	○	○	△	△	×	×	△

【0081】なお、表4においては、いずれも重量%で記載されており、上記「適量」とは例えば0.05重量%をいい、また上記「残量」とは全量が100重量%になるように添加されるバランス量をいう。また、上記いずれの事項も以下の表5～表9において同様とする。

【0082】このようにして作成したファンデーションをパネル男女計20名の皮膚に塗布し、官能試験を行った。この試験における評価基準は、次のように設定し、表4にその平均値を記載した。

【0083】(評価基準)

(i) 塗布時の伸び、化粧層のムラおよび化粧持続性：
大変よい…5
よい…4

普通…3

悪い…2

40 非常に悪い…1

【0084】(ii) 成型性：金皿にプレスしたファンデーションを50cmの高さから落下させ、そのときのプレス品を目視にて評価した。

【0085】

◎：変化なし

○：表面にひびが見られる

△：表面から内部にまで及ぶひびやかけが発生する

×

×：使用不可能な程度のひびやかけが発生する

【0086】固体粉末アイシャドウの製造：上記の製造

50 例1～5の樹脂を用いて、固体粉末アイシャドウを製造

した。まず、(1)から(5)の成分を混合し、更に
(6)から(9)の成分を加熱溶解して得られた混合物
を添加して、更に均一に粉碎混合する。これを篩に通し、容器に充填して固形粉末アイシャドウを得た。
【0087】
【表5】

	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11	比較例4	比較例5
(1)タルク	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
(2)マイカ	20	20	20	20	20	20	20
(3)酸価チタン	10	10	10	10	10	10	10
(4)グンジョウ	7	7	7	7	7	7	7
(5)製造例1	15	—	—	—	—	—	—
(5)製造例2	—	15	—	—	—	—	—
(5)製造例3	—	—	15	—	—	—	—
(5)製造例4	—	—	—	15	—	—	—
(5)製造例6	—	—	—	—	15	—	—
(5)製造例8	—	—	—	—	—	—	15
(6)スクワラン	5	5	5	5	5	5	5
(7)グリセリン	3	3	3	3	3	3	3
(8)モノオレイン酸 ポリオキシエチレン ソルビタン	1	1	1	1	1	1	1
(9)防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
塗布時伸び	4.5	4.5	4.3	4.0	3.1	2.7	3.0
化粧層のムラ	4.7	4.5	4.2	3.7	3.6	3.0	3.2
化粧持続性	4.9	4.8	4.5	3.9	3.3	3.2	3.3

【0088】このようにして作成したアイシャドウをパネル男女計20名の皮膚に塗布し、官能試験を行った。試験の評価基準は、固形粉末ファンデーションをと同様に設定し、表5にその平均値を記載した。

【0089】おしろいの製造：上記の製造例1～4, 6, 8の樹脂を用いて、おしろいを以下の処方で製造し

た。まず、(1)から(6)の成分を混合し、更に(7)から(9)の成分を加熱溶解して得られた混合物を添加して、更に均一に混合する。これを篩に通し、金皿に充填しておしろいを得た。

【0090】

【表6】

	実施例12	実施例13	実施例14	実施例15	実施例16	比較例6	比較例7
(1)タルク	25	25	25	25	25	25	25
(2)マイカ	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
(3)酸化チタン	10	10	10	10	10	10	10
(4)酸化亜鉛	5	5	5	5	5	5	5
(5)ベンガラ	0.5	0.5	0.5	0.6	0.5	0.5	0.5
(6)製造例1	22	—	—	—	—	—	—
(6)製造例2	—	22	—	—	—	—	—
(6)製造例3	—	—	22	—	—	—	—
(6)製造例4	—	—	—	22	—	—	—
(6)製造例6	—	—	—	—	22	—	—
(6)製造例8	—	—	—	—	—	—	22
(7)スクワラン	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(8)流動パラフィン	3	3	3	3	3	3	3
(9)防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
塗布時伸び	4.9	4.6	4.0	3.6	2.5	2.3	2.3
化粧層のムラ	4.7	4.6	4.4	3.9	2.8	2.6	2.8
化粧持続性	4.7	4.7	4.5	4.0	3.1	2.6	3.0

【0091】このようにして作成したおしろいをパネル男女計20名の皮膚に塗布し、官能試験を行った。試験の評価基準は、固体粉末ファンデーションをと同様に設定し、表6にその平均値を記載した。

【0092】頬紅の製造：上記の製造例1～4、6、8の樹脂を用いて、頬紅を以下の処方で製造した。まず、

(1)から(6)の成分を混合し、更に(7)から(9)の成分を加熱溶解して得られた混合物を添加して、更に均一に混合する。これを篩に通し、金皿に充填して頬紅を得た。

【0093】

【表7】

	実施例17	実施例18	実施例19	実施例20	実施例21	比較例8	比較例9
(1)タルク	25	25	25	25	25	25	25
(2)マイカ	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
(3)酸化チタン	3	3	3	3	3	3	3
(4)雲母チタン	3	3	3	3	3	3	3
(4)ベンガラ	1	1	1	1	1	1	1
(5)赤色顔料	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(6)製造例1	22	—	—	—	—	—	—
(6)製造例2	—	22	—	—	—	—	—
(6)製造例3	—	—	22	—	—	—	—
(6)製造例4	—	—	—	22	—	—	—
(6)製造例6	—	—	—	—	22	—	—
(6)製造例8	—	—	—	—	—	—	22
(7)スクワラン	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(8)流動パラフィン	3	3	3	3	3	3	3
(9)防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
塗布時伸び	4.7	4.3	4.2	3.7	3.0	2.2	2.8
化粧層のムラ	4.7	4.4	4.1	3.5	2.6	2.1	2.3
化粧持続性	4.7	4.5	4.5	3.7	2.6	2.2	2.5

【0094】このようにして作成した頬紅をパネル男女計20名の皮膚に塗布し、官能試験を行った。試験の評価基準は、固体粉末ファンデーションをと同様に設定し、表7にその平均値を記載した。

【0095】固体粉末アイライナーの製造：上記のように製造した製造例1～4、6、8のスチレン-ブチルアクリレート樹脂を用いて、アイライナーを以下の処方で

製造した。まず、(1)から(5)の成分を混合し、更に(6)から(9)の成分を加熱溶解して得られた混合物を添加して、更に均一に混合する。これを篩に通し、金皿に充填してアイライナーを得た。

【0096】

【表8】

	実施例22	実施例23	実施例24	実施例25	実施例26	比較例10	比較例11
(1)タルク	20	20	20	20	20	20	20
(2)マイカ	残量						
(3)酸化チタン	3	3	3	3	3	3	3
(4)グンジョウ	5	5	5	5	5	5	5
(5)製造例1	22	—	—	—	—	—	—
(5)製造例2	—	22	—	—	—	—	—
(5)製造例3	—	—	22	—	—	—	—
(5)製造例4	—	—	—	22	—	—	—
(5)製造例6	—	—	—	—	22	—	—
(5)製造例8	—	—	—	—	—	—	22
(6)スクワラン	10	10	10	10	10	10	10
(7)流動パラフィン	7	7	7	7	7	7	7
(8)モノオレイン酸 ポリオキシエチレン ソルビタン	5	5	5	5	5	5	5
(9)防腐剤	適量						
塗布時伸び	4.7	4.2	4.0	3.2	2.2	2.0	2.2
化粧層のムラ	4.8	4.6	4.4	3.8	3.3	2.9	2.9
化粧持続性	4.9	4.7	4.7	3.6	3.6	3.0	3.4

【0097】このようにして作成した固形粉末アイライナーをパネル男女計20名の皮膚に塗布し、官能試験を行った。試験の評価基準は、固形粉末ファンデーションをと同様に設定し、表8にその平均値を記載した。

【0098】固形粉末洗顔料の製造：上記のように製造した製造例1～4、6、8のスチレンーブチルアクリレ

30 ート樹脂を用いて、粉末洗顔料を以下の処方の原料を均一に攪拌混合し、篩に通し、容器に充填して洗顔料を得た。

【0099】

【表9】

	実施例27	実施例28	実施例29	実施例30	実施例31	比較例12	比較例13
(1)酸化チタン	1	1	1	1	1	1	1
(2)製造例1	15	—	—	—	—	—	—
(2)製造例2	—	15	—	—	—	—	—
(2)製造例3	—	—	15	—	—	—	—
(2)製造例4	—	—	—	15	—	—	—
(2)製造例6	—	—	—	—	15	—	—
(2)製造例8	—	—	—	—	—	—	15
(3)ラウロイル グルタミン酸Na	7	7	7	7	7	7	7
(4)ミリストイル グルタミン酸Na	7	7	7	7	7	7	7
(5)ミリスチン酸 カリウム	5	5	5	5	5	5	5
(6)ブドウ糖	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
(7)水溶性コラーゲン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
(8)アスコルビン 酸硫酸2ナトリウム	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
(9)防腐剤	適量						
(10)タルク	残量	残量	残量	残量	残量	残量	適量
塗布時伸び	4.6	4.1	4.0	3.6	2.8	3.7	2.6
洗浄効果	4.2	4.5	4.7	3.8	3.8	2.6	3.2

【0100】このようにして作成した固形粉末洗顔料をぬるま湯で延ばし、パネル男女計20名の皮膚に塗布し、官能試験を行った。試験の評価基準は、伸びに関しては固形粉末ファンデーションをと同様に設定し、また洗浄効果に関しては以下のように基準を設定し、表9にその平均値を記載した。

【0101】(洗浄効果に関する評価基準)

十分な洗浄効果を得られる…5

洗浄効果を得られる…4

普通…3

洗浄効果をあまり感じない…2

洗浄効果を感じない…1

【0102】試験結果：上記官能試験結果より、本発明の樹脂粒子を配合した粉末化粧料は、比較品と比べて滑らかさ、伸び等の塗布時の感触と、皮膚表面に塗布することにより形成される化粧層の均一性の点で優れ、更

に成型性も優れていることが明らかになった。また、洗浄料においては、比較品よりも伸びが優れている点に加え、ある一定の凹凸を有する球状樹脂粒子を使用するとマッサージ効果が得られ、洗浄効果を高められることがわかった。

40 【0103】

【発明の効果】本発明の固形粉末化粧料は、特定の粒子径と狭い粒子分布、更にガラス転移温度、分子量が汎用樹脂よりも低い樹脂からなることを特徴とした樹脂粒子であるとともに、体质顔料と着色顔料を配合することにより製造される。また、本発明中の球状樹脂粒子は真球から微少の凹凸を有する形状まで含み、樹脂粒子表面は非常に平滑であるため、例えば真球樹脂粒子を配合した化粧料は、塗布時に滑らかな伸びを示し、サラサラした感触を有し、更に均一な塗布が可能となる。また微少凹凸を有する球状樹脂粒子を用いる化粧料は、上記物性に

(16)

29

起因する伸びや感触に関する特性を有したまま、適度な * る。
粒子感を得ることができ、マッサージ効果を発現でき *

特開2003-267820

30

フロントページの続き

(51) Int.C1. ⁷	識別記号	F I	マークコード (参考)
A 6 1 K	7/032	A 6 1 K	7/032

F ターム(参考) 4C083 AB212 AB232 AB242 AB432
AC012 AC022 AC122 AC242
AC442 AC662 AD022 AD092
AD112 AD202 AD432 AD642
BB11 BB21 BB26 CC01 CC12
CC14 CC23 DD17 DD21 EE06
EE07

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第2区分

【発行日】平成16年11月18日(2004.11.18)

【公開番号】特開2003-267820(P2003-267820A)

【公開日】平成15年9月25日(2003.9.25)

【出願番号】特願2002-70880(P2002-70880)

【国際特許分類第7版】

A 6 1 K 7/00

A 6 1 K 7/02

A 6 1 K 7/031

A 6 1 K 7/032

【F 1】

A 6 1 K 7/00 J

A 6 1 K 7/00 L

A 6 1 K 7/02 L

A 6 1 K 7/02 Z

A 6 1 K 7/031

A 6 1 K 7/032

【手続補正書】

【提出日】平成15年11月21日(2003.11.21)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

体质顔料を10～80重量%と、着色顔料を0.1～40重量%と、平均体積粒子径が2.0～20.0 μm で、ガラス転移温度が10～100°C、数平均分子量が5000～20000、形状係数S.F.1が1.10～1.40であることを特徴とした球状樹脂粒子を0.5～80重量%と、を含有することを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項2】

請求項1に記載の固体粉末化粧料において、

前記球状樹脂粒子の平均体積粒子分布G.S.D.vが1.3以下であることを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項3】

請求項1又は請求項2に記載する固体粉末化粧料において、

更に、油性成分を1～20重量%含むことを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項4】

請求項1、2又は3のいずれか1項に記載の固体粉末化粧料において、

下記式で表される表面性指標値が2.0以下であることを特徴とした固体粉末化粧料。

(数1)

(表面性指標値) = (比表面積実測値) / (比表面積計算値)

(比表面積計算値) = $6 \sum (n \times R^{-2}) / \{ \rho \times \sum (n \times R^{-3}) \}$

(ただし、n = コールターカウンターにおけるチャンネル内の粒子数、R = コールターカウンターにおけるチャンネル粒径、 ρ = トナー密度、チャンネルの数：16、分割の大きさ：10gスケールで0.1間隔。)

【請求項5】

請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の固体粉末化粧料において、前記球状樹脂粒子が乳化重合凝集法にて製造されていることを特徴とする固体粉末化粧料。

【請求項 6】

請求項 5 に記載の固体粉末化粧料において、前記球状樹脂粒子は、微少エッチング表面を行することを特徴とする固体粉末化粧料。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0013】

(1) 体质顔料を 10～80 重量 % と、着色顔料を 0.1～40 重量 % と、平均体積粒子径が $2.0 \mu m \sim 20.0 \mu m$ で、ガラス転移温度が 10～100 °C、数平均分子量が 5000～20000、形状係数 SF1 が 110～140 であることを特徴とした球状樹脂粒子を 0.5～80 重量 % と、を含有する固体粉末化粧料である。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

(2) 前記球状樹脂粒子の平均体積粒子分布 GSDv が 1.3 以下である上記 (1) に記載の固体粉末化粧料である。

【手続補正 4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

体质顔料を 10～80 重量 % と、着色顔料を 0.1～40 重量 % と、平均体積粒子径が $2.0 \mu m \sim 20.0 \mu m$ で、ガラス転移温度が 10 °C～100 °C、数平均分子量 (Mn) が 5000～20000、形状係数 SF1 が 110～140 であることを特徴とする球状樹脂粒子を 0.5～60 重量 % と、を含有することを特徴とする固体粉末化粧料である。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

体積粒子分布および形状係数 SF1 :

また、本発明の球状樹脂微粒子の体積粒子分布 GSDv は 1.3 以下で、かつ形状係数 SF1 が 110～140 である。化粧料や皮膚洗浄料で求められる滑らかさは、粒子の流動性に大きく依存する。形状係数 SF1 は、100 に近づくほど真球とみなされ、140 を超える粒子は粒子の最大長さと最少長さに大きな差を有する。SF1 が 140 を超えると、化粧料の使用感および成型性が劣る。そこで、本発明の樹脂粒子において、SF1 が 130～140 の範囲にある場合には、樹脂微粒子が偏平状であるため、使用時に皮膚上で粒子感を得ることができ、洗顔料のような化粧料として好ましい。一方、SF1 が 110～130 の範囲の場合には、粒子形状が真球に近づき、皮膚表面での流動性が向上し、マスクアップ化粧料等に配合した場合の塗布時の伸び、皮膚上で均一な塗布が可能となる。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0080

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0080】

【表4】

	実施例	実施例	実施例	実施例	比較例	比較例	比較例	比較例	比較例
	1	2	3	4	1	2	3	4	5
(1)タルク	18	18	18	18	18	18	18	18	18
(2)マイカ	残量								
(3)酸価チタン	10	10	10	10	10	10	10	10	10
(4)ベンガラ	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
(5)黄酸化鉄	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
(6)黒酸化鉄	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
(7)製造例1	22	—	—	—	—	—	—	—	—
(7)製造例2	—	22	—	—	—	—	—	—	—
(7)製造例3	—	—	22	—	—	—	—	—	—
(7)製造例4	—	—	—	22	—	—	—	—	—
(7)製造例5	—	—	—	—	22	—	—	—	—
(7)製造例6	—	—	—	—	—	22	—	—	—
(7)製造例7	—	—	—	—	—	—	—	22	—
(7)製造例8	—	—	—	—	—	—	—	—	22
(8)スクワラン	5	5	5	5	5	5	5	5	5
(9)流動パラフィン	3	3	3	3	3	3	3	3	3
(10)ワセリン	2	2	2	2	2	2	2	2	2
(11)防腐剤	適量								
塗布時伸び	4.9	4.4	4.2	3.8	3.3	3.1	2.4	3.4	2.7
化粧層のムラ	4.7	4.6	4.1	3.6	3.2	2.9	2.2	2.9	2.6
化粧持続性	4.8	4.8	4.2	4.0	3.8	3.2	2.6	2.9	3.1
成型性	◎	◎	○	○	△	△	×	×	△

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0087

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0087】

【表5】

	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例6	比較例7	比較例8
(1)タルク	残量						
(2)マイカ	20	20	20	20	20	20	20
(3)酸価チタン	10	10	10	10	10	10	10
(4)グンジョウ	7	7	7	7	7	7	7
(5)製造例1	15	—	—	—	—	—	—
(5)製造例2	—	15	—	—	—	—	—
(5)製造例3	—	—	15	—	—	—	—
(5)製造例4	—	—	—	15	—	—	—
(5)製造例6	—	—	—	—	15	—	—
(5)製造例8	—	—	—	—	—	—	15
(6)スクワラン	5	5	5	5	5	5	5
(7)グリセリン	3	3	3	3	3	3	3
(8)モノオレイン酸 ポリオキシエチレン ソルビタン	1	1	1	1	1	1	1
(9)防腐剤	適量						
塗布時伸び	4.5	4.5	4.3	4.0	3.1	2.7	3.0
化粧層のムラ	4.7	4.5	4.2	3.7	3.6	3.0	3.2
化粧持続性	4.9	4.8	4.5	3.9	3.3	3.2	3.3

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0090

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0090】

【表6】

	実施例9	実施例10	実施例11	実施例12	比較例9	比較例10	比較例11
(1)タルク	25	25	25	25	25	25	25
(2)マイカ	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
(3)酸化チタン	10	10	10	10	10	10	10
(4)酸化亜鉛	5	5	5	5	5	5	5
(5)ベンガラ	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
(6)製造例1	22	—	—	—	—	—	—
(6)製造例2	—	22	—	—	—	—	—
(6)製造例3	—	—	22	—	—	—	—
(6)製造例4	—	—	—	22	—	—	—
(6)製造例6	—	—	—	—	22	—	—
(6)製造例8	—	—	—	—	—	—	22
(7)スクワラン	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(8)流動パラフィン	3	3	3	3	3	3	3
(9)防腐剤	適量	適量	適量	適量	適量	適量	適量
塗布時伸び	4.9	4.6	4.0	3.6	2.5	2.3	2.3
化粧層のムラ	4.7	4.6	4.4	3.9	2.8	2.6	2.8
化粧持続性	4.7	4.7	4.5	4.0	3.1	2.6	3.0

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0093

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0093】

【表7】

	実施例 13	実施例 14	実施例 15	実施例 16	比較例 12	比較例 13	比較例 14
(1)タルク	25	25	25	25	25	25	25
(2)マイカ	残量						
(3)酸化チタン	3	3	3	3	3	3	3
(4)雲母チタン	3	3	3	3	3	3	3
(4)ベンガラ	1	1	1	1	1	1	1
(5)赤色顔料	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(6)製造例1	22	—	—	—	—	—	—
(6)製造例2	—	22	—	—	—	—	—
(6)製造例3	—	—	22	—	—	—	—
(6)製造例4	—	—	—	22	—	—	—
(6)製造例6	—	—	—	—	22	—	—
(6)製造例8	—	—	—	—	—	—	22
(7)スクワラン	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
(8)流動パラфин	3	3	3	3	3	3	3
(9)防腐剤	適量						
塗布時伸び	4.7	4.3	4.2	3.7	3.0	2.2	2.8
化粧層のムラ	4.7	4.4	4.1	3.5	2.6	2.1	2.3
化粧持続性	4.7	4.5	4.5	3.7	2.6	2.2	2.5

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0096

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0096】

【表8】

	実施例17	実施例18	実施例19	実施例20	比較例15	比較例16	比較例17
(1)タルク	20	20	20	20	20	20	20
(2)マイカ	残量						
(3)酸化チタン	3	3	3	3	3	3	3
(4)グンジョウ	5	5	5	5	5	5	5
(5)製造例1	22	—	—	—	—	—	—
(5)製造例2	—	22	—	—	—	—	—
(5)製造例3	—	—	22	—	—	—	—
(5)製造例4	—	—	—	22	—	—	—
(5)製造例6	—	—	—	—	22	—	—
(5)製造例8	—	—	—	—	—	—	22
(6)スクワラン	10	10	10	10	10	10	10
(7)流動パラフィン	7	7	7	7	7	7	7
(8)モノオレイン酸 ポリオキシエチレン ソルビタン	5	5	5	5	5	5	5
(9)防腐剤	適量						
塗布時伸び	4.7	4.2	4.0	3.2	2.2	2.0	2.2
化粧層のムラ	4.8	4.6	4.4	3.8	3.3	2.9	2.9
化粧持続性	4.9	4.7	4.7	3.6	3.5	3.0	3.4

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0099

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0099】

【表9】

	実施例21	実施例22	実施例23	実施例24	比較例18	比較例19	比較例20
(1)酸化チタン	1	1	1	1	1	1	1
(2)製造例1	15	—	—	—	—	—	—
(2)製造例2	—	15	—	—	—	—	—
(2)製造例3	—	—	15	—	—	—	—
(2)製造例4	—	—	—	15	—	—	—
(2)製造例6	—	—	—	—	15	—	—
(2)製造例8	—	—	—	—	—	—	15
(3)ラウロイル グルタミン酸Na	7	7	7	7	7	7	7
(4)ミリストイル グルタミン酸Na	7	7	7	7	7	7	7
(5)ミリスチン酸 カリウム	5	5	5	5	5	5	5
(6)ブドウ糖	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
(7)水溶性コラーゲン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
(8)アスコルビン 酸硫酸2ナトリウム	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
(9)防腐剤	適量						
(10)タルク	残量	残量	残量	残量	残量	残量	適量
塗布時伸び	4.6	4.1	4.0	3.6	2.8	3.7	2.6
洗浄効果	4.2	4.5	4.7	3.8	3.8	2.6	3.2